

选区激光熔化 4Cr5MoSiV1 模具钢显微组织 及显微硬度研究

陈帅, 陶凤和*, 贾长治

陆军工程大学石家庄校区火炮工程系, 河北 石家庄 050003

摘要 采用选区激光熔化(SLM)技术制备 4Cr5MoSiV1 模具钢试样,研究激光能量密度 η 对显微组织、碳元素损耗及显微硬度的影响。研究表明:SLM 成型 4Cr5MoSiV1 模具钢试样的显微组织主要为马氏体和少量残余奥氏体。脱碳反应、飞溅行为和元素烧蚀共同造成碳元素的损耗,当 $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,碳元素损耗率高达 17.7%。随着 η 的增加,试样的晶粒尺寸增大、碳元素损耗率升高、马氏体含量降低;在同一 η 下,试样过渡区的晶粒尺寸最小、碳元素损耗率最低,而热影响区的晶粒尺寸最大、碳元素损耗率最高。随着 η 的减小,孔隙缺陷增多;当 η 过大时,试样将出现冷裂纹缺陷。当 $\eta=905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样显微组织均匀,致密度高,具有较高的显微硬度(熔池中心区域为 710.3 HV,过渡区为 732.4 HV)。

关键词 激光技术; 选区激光熔化; 模具钢; 显微组织; 元素损耗; 显微硬度

中图分类号 TG142.1

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201946.0102007

Microstructure and Micro-hardness of 4Cr5MoSiV1 Die Steels Fabricated by Selective Laser Melting

Chen Shuai, Tao Fenghe*, Jia Changzhi

Artillery Engineering Department, Shijiazhuang Branch, Army Engineering University,
Shijiazhuang, Hebei 050003, China

Abstract The 4Cr5MoSiV1 die steel samples are fabricated by the selective laser melting (SLM) technique. The influence of laser linear energy density η on microstructures, carbon loss and micro-hardness of samples is investigated. The results show that the microstructures of SLM-formed 4Cr5MoSiV1 die steel samples are mainly martensite and a little amount of residual austenite. The decarburization reaction, splashing behavior and elemental ablation together cause carbon loss, and the carbon loss rate is as high as 17.7% at $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$. With the increase of η , the grain sizes of samples increase, the carbon loss rate increases and the martensite content decreases. Under the same η , the grain size and the carbon loss rate in the transition zones of samples are the smallest, while those in the heat affected zones are the highest. With the decrease of η , the pore defects become more. When η is too large, the cold cracks appear. When η is $905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$, the samples possess uniform microstructures, high densities, and relatively high micro-hardness (that in central zone of molten pool is 710.3 HV and that in transition zone is 732.4 HV).

Key words laser technique; selective laser melting; die steel; microstructure; element loss; micro-hardness

OCIS codes 140.3390; 140.3580; 160.3900

1 引 言

模具是现代工业的基础装备,主要用于大批量生产工业产品中的零部件。目前,模具加工主要采用传统机械加工和电火花加工方式,存在加工效率

低、精度差及复杂制造能力差等问题^[1-3]。4Cr5MoSiV1 模具钢属于铬系热作模具钢,具有较高的强度、韧性、淬硬性和抗疲劳性,被广泛应用于铸造、锻造和热挤压模具的生产^[4]。传统铸造 4Cr5MoSiV1 模具钢的显微组织为粗大的枝晶和碳

收稿日期: 2018-07-27; 修回日期: 2018-09-13; 录用日期: 2018-09-25

* E-mail: fhtao63@126.com

化物,且存在宏观偏析^[5]。该材料主要受到高温、高压以及腐蚀、冲击、摩擦等影响,易产生磨损、腐蚀、热裂纹、塑性变形和机械疲劳等失效形式,使用寿命也会受到严重影响^[6]。

选区激光熔化(SLM)技术采用离散/堆积原理,利用高能激光束实现点-线-面-体的加工过程,尤其适用于具有复杂结构的零部件,是最具发展潜力的金属增材制造技术之一。目前,SLM技术已应用于部分高端注塑模具中,在均匀性、冷却效率、制造周期、制造成本等方面优势明显^[7-9]。采用SLM技术进行复杂模具制造时,成型件必须具有优良的力学性能,如较高的硬度、耐磨性等,这些力学性能指标和成型件的致密度、显微组织等密切相关。

郑东来^[10]通过研究SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢的基本表征发现,成型试样显微组织中主要存在铁素体(α -Fe)、马氏体(M)和残余奥氏体(γ),其中,马氏体以及亚稳相奥氏体是影响硬度的主要原因,XOY面最高硬度为57.4 HRC。严凯等^[11]通过研究激光立体成型4Cr5MoSiV1模具钢显微组织及回火处理的组织和性能发现,成型试样显微组织为马氏体、残余奥氏体和细小碳化物,其中,回火处理后析出的大量细小碳化物是硬度增加的原因,在550℃回火2h后硬度峰值为600 HV0.3。Mertens等^[12]对SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢的显微组织及力学性能进行研究发现,粉床预热温度决定试样显微组织的物相组成,当残余奥氏体相含量最少时,试样的显微硬度高达706 HV0.5。Laakso等^[13]通

过SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢的工艺优化和模拟研究发现,不合理的工艺参数会使试样中孔隙数量增多,进而使试样的致密度降低。

由于SLM技术采用熔道叠加、逐层累积的成型方法,故其具有复杂的传热过程。该过程会影响成型件中元素分布情况和显微组织特征,使熔道各区域之间存在性能差异,其中,性能薄弱区将直接决定成型件的使用寿命^[14]。目前,关于SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢各区域显微组织特征及其形成机制的研究较少;同时,作为铁基材料的强化元素,碳元素会直接影响成型件的力学性能,但关于SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢中碳元素分布情况及其损耗机理的研究尚缺;还需深入研究显微组织特征、碳元素损耗、致密度和显微硬度之间的内在联系,才能为提高SLM成型4Cr5MoSiV1模具钢的性能提供基础支撑。

本文利用SLM技术成型4Cr5MoSiV1模具钢试样,分析不同工艺参数下试样显微组织、碳元素损耗、显微硬度的变化规律,研究显微组织演变、碳元素损耗及缺陷产生机制,探讨显微硬度的影响因素,从而为优化4Cr5MoSiV1模具钢成型工艺、提高成型件性能提供依据。

2 实验材料与方法

2.1 实验材料

实验采用气雾化生产的4Cr5MoSiV1模具钢粉末,该粉末的化学成分如表1所示,粉末粒径分布范围为15~45 μm 。

表1 4Cr5MoSiV1模具钢粉末的化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical compositions of 4Cr5MoSiV1 die steel powder(mass fraction,%)

Element	C	V	Mo	Ni	Si	Cr	Mn	P	S	Fe
Content	0.39	1.05	1.27	0.23	0.87	5.24	0.48	0.019	0.01	Balance

实验采用Dimetal-50 SLM成型设备,设备内置200 W SPI光纤激光器,激光器波长为1070 nm,光斑直径为70 μm 。成型室可成型的最大尺寸为50 mm×50 mm×50 mm,成型过程中充入高纯氩气进行保护,成型室内氧含量低于0.1%。

2.2 成型过程

实验采用S型正交的扫描方式,扫描路径如图1所示。设置铺粉层厚为25 μm ,扫描间距为70 μm ;激光功率 $P=190\text{ W}$;扫描速度 $v=200, 210, 220, 230\text{ mm/s}$;进行选区激光熔化成型7 mm×7 mm×5 mm的块体试样。定义激光能量密度为 $\eta(\eta=P/v)$,相应的 η 分别为950,905,864,835 $\text{J}\cdot\text{m}^{-1}$ 。采用线切割方式将成型的块体从

基板上切割下来,再利用丙酮进行超声波清洗,然后对试样进行打磨、抛光、腐蚀,腐蚀液选用体积分数为4%的硝酸酒精。

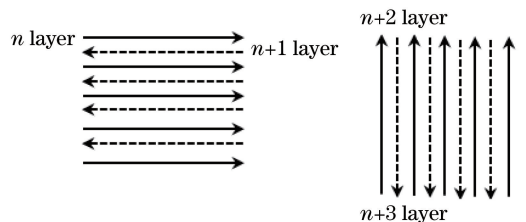


图1 激光扫描路径

Fig. 1 Laser scanning path

2.3 实验方法

根据阿基米德原理,先采用排水法测试块状试

样的密度,再将试样的密度与 4Cr5MoSiV1 模具钢的理论密度进行对比求得试样的致密度。采用 OLYMP 金相显微镜观察试样的金相组织,然后利用 Ultra 55 场发射扫描电镜观察试样的宏观形貌和微观组织,并通过能谱仪对试样的成分进行分析。由于能谱仪在测量碳元素含量时属于半定量测量,所以采用 JS-GHW800 型碳硫分析仪精确测量试样的碳元素含量。利用 DX-2700BH 型 X 射线衍射仪分析试样的物相组成。采用 HXS-1000AK 型显微硬度计测量试样 XOY 面的显微硬度值,载荷为 200 g,加载时间为 15 s。利用 Image-Pro Plus 图像软件测量晶粒的尺寸。

3 结果与讨论

3.1 显微组织分析

SLM 成型过程中的冷却凝固属于非平衡凝固,

凝固过程中固/液界面的推进速度极快,在该条件下凝固后,试样中极易产生过饱和固溶体,其显微组织与常规铸造件组织存在明显区别^[15]。当 $\eta = 905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,SLM 成型 4Cr5MoSiV1 模具钢试样的致密度高达 99.82%,该试样的显微组织如图 2 所示。由图 2(a)和 2(b)可知,在 XOZ 面中,熔池中心区域为胞状组织,熔池边界区域为柱状组织,而且熔池边界区域的晶粒生长方向与熔池边界基本垂直。图 2(c)为 XOY 面的显微组织,箭头方向为成型方向。在 XOY 面中,熔池边界和熔池中心区域的显微组织存在较大差异。熔池中心区域为胞状组织,晶粒尺寸及分布较均匀。熔池边界主要存在热影响区和过渡区两部分:热影响区的晶粒尺寸较大,晶粒内部存在呈颗粒状分布的第二相析出物;过渡区的晶粒呈不规则的胞状,晶粒尺寸较小、晶界较宽。

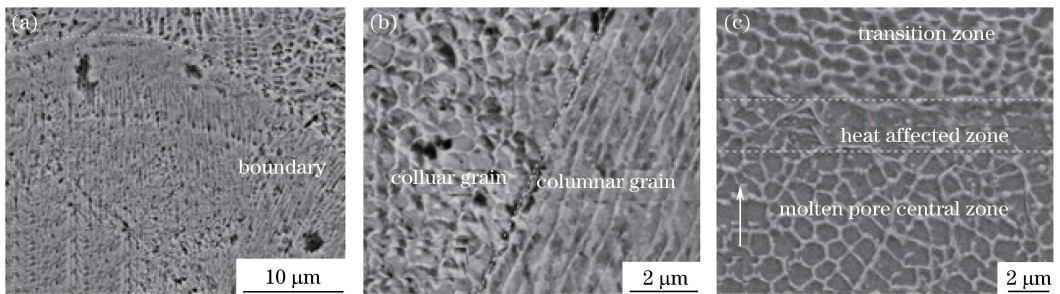


图 2 $\eta=905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时试样的显微组织。(a) 3500 倍下的 XOZ 面;(b) 10000 倍下的 XOZ 面;(c) 5000 倍下的 XOY 面

Fig. 2 Microstructures of samples at $\eta=905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$. (a) XOZ section magnified by 3500 times; (b) XOZ section magnified by 10000 times; (c) XOY section magnified by 5000 times

熔池中的大部分热量通过已凝固金属热传导及气体对流方式进行传递,沿垂直于边界的方向,温度梯度最大、散热最快。由于晶粒主要依靠热量扩散驱动提供的动力长大,晶体的生长方向与最大散热方向相反,故在 XOZ 面中,熔池边界晶粒的结晶方向易垂直于熔池边界,并最终生长成柱状晶。Yadroitsev 等^[16]的研究表明,凝固等温线实际形态和外延生长机制是影响柱状晶形成的主要因素,柱状晶取向与熔池边界晶粒初始的 $[100]$ 取向吻合。因此,在凝固过程中,那些生长方向与熔池边界大致垂直的晶粒更容易长大,并将排挤那些取向不利的晶粒,这种竞争生长机制将导致 XOY 面中过渡区晶粒呈不规则的胞状组织排列(胞状组织是柱状组织的截面)。在熔池边界的过渡区,已凝固的金属为后续熔池提供异质形核的基底,且熔池边界过渡区的温度梯度 G 大于熔池中心线上熔池边界法向上的温度梯度 G' ,故过渡区的形核率较高。过渡区的

散热机制、外延生长机制、竞争生长机制和高形核率共同导致 XOY 面中的晶粒呈不规则胞状排列。

能量呈高斯分布的激光束导致熔池中产生流体流动的驱动力主要包括浮力和表面张力梯度引起的剪切应力^[17]。熔池中流体流动的驱动力导致液态金属产生对流,这种对流将熔池边界生长至熔池内部的柱状晶粒破碎成许多小的晶粒,促使熔池中心区域形成均匀的胞状组织。

图 3 为 XOY 面中熔池中心区域的显微组织。当 $\eta=905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,晶粒尺寸和分布较为均匀;当 $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,晶粒尺寸较大、形状不规则,且晶粒内部存在呈颗粒状分布的第二相析出物;当 $\eta=835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,晶粒形状不规则,且存在孔隙缺陷;当 $\eta=864 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,晶粒表现出明显的尺寸差异。采用 Image-Pro Plus 图像处理软件对试样熔池中心区域、热影响区和过渡区的晶粒尺寸 d 进行多次测量后取平均值,结果如表 2 所示。由表 2 可知:随

着 η 的增加,熔池内各区域的晶粒尺寸逐渐增大;在同一 η 下成型的试样,热影响区的晶粒尺寸最大,过

渡区的晶粒尺寸最小。

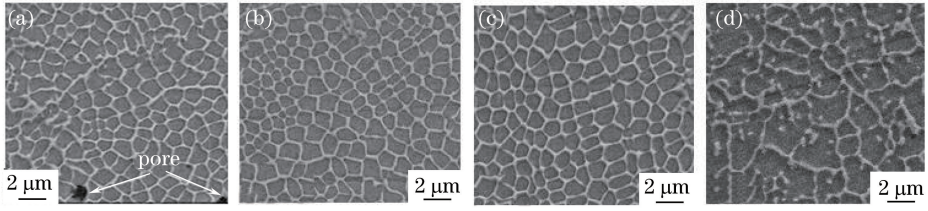


图 3 不同 η 下熔池中心区域的显微组织。(a) $835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$; (b) $864 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$; (c) $905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$; (d) $950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$

Fig. 3 Microstructures in central zone of molten pool under different η . (a) $835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$;

(b) $864 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$; (c) $905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$; (d) $950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$

表 2 熔池不同区域的晶粒尺寸

Table 2 Grain sizes in different zones of molten pool

$\eta / (\text{J}\cdot\text{m}^{-1})$	Grain size $d / \mu\text{m}$		
	Central zone	Transition zone	Heat affected zone
835	1.00	0.45	2.09
864	1.19	0.69	2.61
905	1.32	0.78	2.81
950	2.38	0.99	3.56

SLM 凝固过程中,晶粒的生长主要经历形核和长大两个阶段,增大形核率、降低生长速率能够减小晶粒的尺寸。提高冷却速率可增加固/液界面前沿的移动速度,增大合金在凝固时固/液界面前沿的过冷度,从而提高合金的形核率和生长速率^[18]。

熔池的冷却速率 \dot{T} 是描述单位时间内温度变化的物理量,定义为^[19]

$$\dot{T} = \frac{\Delta T}{\Delta t}, \quad (1)$$

式中: ΔT 为温度的变化量,最高温度与输入到熔池中的能量 Q 有关; Δt 为冷却时间,其大小与导热效率有关。所以对于同种材料, Q 越大,冷却到退火温度时的时间越长, \dot{T} 越小;当 Q 一定时,导热效率越高,冷却时间越短, \dot{T} 越大。

对于液态金属,在低于熔点时,单位时间内单位体积的形核率与熔体的过冷度 ΔT_k 有关。根据约翰逊-梅尔方程,晶核数量 $P(t)$ 为^[20]

$$P(t) = k \left(\frac{N}{R} \right)^{3/4}, \quad (2)$$

式中 k 为常数, N 为形核率, R 为生长速率。在较大的过冷度下,液态熔池中容易形成大量的晶核,液态熔池的快速凝固又能抑制晶粒的生长,这样在短时间内可形成细晶组织。由于 $N \propto \exp(-1/\Delta T_k^2)$, $R \propto \Delta T_k$ (连续长大) 或 $R \propto \Delta T_k^2$ (螺旋位错长

大),过冷度增大后 N 的变大速率比 R 快,所以增大过冷度可以增加晶核数量,同时细化晶粒。

在 SLM 成型过程中,较高的扫描速度使金属粉末吸收的激光能量减少,冷却速率 \dot{T} 提高,过冷度 ΔT_k 变大,从而增加晶核数量、细化晶粒。由于激光束能量呈高斯分布,同一成型层中熔池边界过渡区吸收的激光能量低于熔池中心区域吸收的激光能量,而且过渡区的热量可通过已凝固熔池散失,冷却时间较短。所以过渡区的冷却速率 \dot{T} 提高,过冷度 ΔT_k 增大,晶粒更加细化。

在 SLM 成型过程中,激光束熔化当前材料时,高温熔池的热量会迅速传递到已凝固熔池中,改变已成型层的温度和应力分布,这个过程被称为后续热循环。后续热循环对已凝固金属起到回火作用,所以热影响区的晶粒尺寸变大^[21]。SLM 成型过程中的快速冷却极易使试样中形成过饱和和固溶体组织,而后续热循环使过饱和的碳元素与铁、铬等金属元素形成碳化物析出,从而在晶粒内部出现呈颗粒状分布的第二相析出物。

3.2 元素分析

利用能谱仪(EDS)对 $\eta = 905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 试样的熔池中心区域、过渡区和热影响区的晶粒及晶界处进行能谱分析,结果如表 3 所示。由表 3 可知,过渡区碳元素含量最高,热影响区碳元素含量最低,且同一区域内晶粒内部碳元素含量低于晶界碳元素含量。

SLM 成型过程中,碳原子比铁、铬等金属原子更易与氧原子发生反应。由于成型室内、金属粉末表面和金属粉末间隙内存在残余氧气,所以在熔池表面的碳原子和氧原子易发生反应,脱碳反应可表示为^[22]

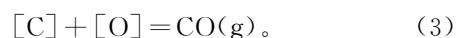


表 3 熔池不同区域的 EDS 结果(质量分数,%)

Table 3 EDS results in different zones of molten pool (mass fraction,%)

Element	Central zone		Heat affected zone		Transition zone	
	Grain	Boundary	Grain	Boundary	Grain	Boundary
C	1.77	2.35	1.43	1.70	2.01	2.76
V	1.15	1.35	1.22	1.14	1.25	1.39
Mo	0.97	1.87	0.99	1.20	1.45	1.89
Ni	0.48	0.40	0.58	0.52	0.39	0.36
Si	0.73	0.82	0.75	0.80	0.77	0.86
Cr	5.14	5.94	5.49	5.52	5.62	5.58
Mn	0.25	0.40	0.26	0.35	0.24	0.32
Fe	89.51	86.87	89.28	88.77	88.27	86.84

熔池内流体的流动驱动力会加剧碳元素的扩散,碳元素从熔池内部移动到熔池表面,并发生脱碳反应,从而熔池边界到熔池中心的碳元素含量呈梯度分布。在熔化/凝固时,热影响区的金属与室内气体直接接触,易发生脱碳反应;熔池中心区域部分碳元素在流体流动驱动力的作用下扩散到熔池表面,碳元素浓度降低;过渡区的金属以已凝固熔池为基底快速形核、长大,碳元素未发生明显扩散,这也是该区域晶界较宽的原因。

激光束作用于金属粉末表面会使部分过热液态金属发生汽化,汽化产生的高压蒸汽导致液态金属被挤出熔池,这些液态金属在穿过激光辐射区域时会形成液滴态飞溅。同时,高压蒸汽也会冲击熔池边界附近的金属粉末,从而形成粉末飞溅。其中部分飞溅颗粒镶嵌于已凝固金属表面,如图 4(a)所示。对飞溅颗粒进行 EDS 能谱分析,结果如表 4 所示。飞溅颗粒碳元素含量高于基体碳元素含量,且含有氧元素,说明飞溅过程中发生了氧化反应。

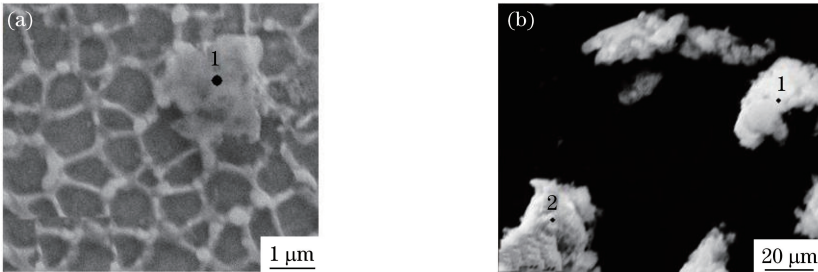


图 4 颗粒微观形貌。(a)飞溅颗粒;(b)黑烟颗粒

Fig. 4 Microstructures of particles. (a) Spatter particles; (b) black smoke particles

表 4 飞溅颗粒的化学成分(质量分数,%)

Table 4 Chemical compositions of spatter particles (mass fraction, %)

Spot	C	V	O	Si	Cr	Fe
1	4.55	1.04	3.82	0.71	4.97	84.91

SLM 成型过程中,激光束与金属粉末作用将产生黑烟,空气循环系统中的滤芯可过滤大部分黑烟,滤芯表面黑烟颗粒的微观形貌如图 4(b)所示,其 EDS 能谱分析结果如表 5 所示。滤芯表面的黑烟为形状不规则且间隙明显的颗粒,黑烟颗粒中碳、氧、铁元素含量较高,为元素烧蚀和氧化的产物。

由于 EDS 能谱分析对碳元素含量的测量属于半定量测量,所以采用碳/硫分析仪精确测定试样中碳元素的含量。当 η 分别为 950, 905, 864, 835 $J \cdot m^{-1}$ 时,对应的含碳量依次为 0.321%、

0.330%、0.336%、0.341%,滤芯表面黑烟颗粒的含碳量为 0.986%。成型试样中碳元素含量较原始粉末分别降低了 17.7%、15.4%、13.8%、12.6%。脱碳反应、飞溅行为和元素烧蚀造成碳元素的大量损耗,当 η 升高时,流体驱动力和熔池冷却时间增加,脱碳反应时间增长,且飞溅和烧蚀程度增加,所以碳元素含量降低。

表 5 黑烟颗粒的化学成分(质量分数,%)

Table 5 Chemical compositions of black smoke particles (mass fraction, %)

Spot	C	Mn	O	Ni	Cr	Fe
1	42.62	1.05	26.45	0	2.08	27.80
2	11.15	1.88	21.25	0.74	5.82	59.16

3.3 物相分析

SLM 是一个快速熔化/凝固的冶金过程,极大

的冷却速度使 SLM 成型件的组织组成和相组成与传统加工方式制造的零件不同,但也需参考平衡相图对该非平衡凝固过程进行研究。本研究使用的 4Cr5MoSiV1 模具钢粉末含铬量约为 5%,根据 Fe-Cr 二元相图可知,4Cr5MoSiV1 模具钢的冷却过程中经过奥氏体和铁素体区域。SLM 成型过程中,4Cr5MoSiV1 模具钢熔化和冷却的过程中出现 $\alpha\text{-Fe} \leftrightarrow \gamma$ 的相互转变以及 $\gamma \rightarrow M$ 的转变,形成马氏体, γ 表示奥氏体。同时,SLM 极高的冷却速度会抑制一次碳化物的形成,使合金元素固溶于奥氏体中,从而提高过冷奥氏体的稳定性,降低马氏体的临界转变温度,因此,SLM 成型件的组织中存在残余奥氏体。

图 5 为 SLM 成型 4Cr5MoSiV1 试样的 X 射线衍射(XRD)图谱,通过分析 XRD 图谱可知 SLM 成型试样主要为马氏体和残余奥氏体。采用参考卡片强度比例方法^[23] 计算马氏体和残余奥氏体的质量分数,其中,试样的物相组成如表 6 所示。碳元素的损耗及快速冷却导致相关物质含量太少,未能被检测到,因此,图谱中未出现碳化物的衍射峰。

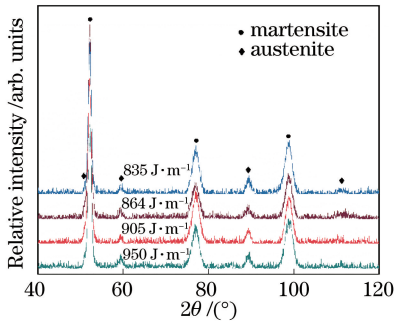


图 5 不同 η 下试样的 XRD 图谱

Fig. 5 XRD patterns of samples under different η

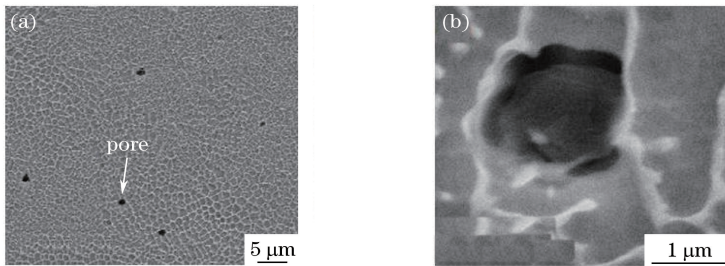


图 6 $\eta=835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时试样表面的孔隙。(a) 1500 倍;(b) 20000 倍

Fig. 6 Surface pores of sample at $\eta=835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$. (a) 1500 times; (b) 20000 times

当 $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,SLM 成型试样表面存在明显裂纹,如图 7 所示。裂纹具有沿晶界扩展和穿晶开裂的断裂行径,且裂纹走向和熔池边界平行,呈现出明显的冷裂纹特征。熔池不同区域的温度梯度和冷却速率的差异会导致残余应力的产生,增加 η

表 6 试样物相组成(质量分数,%)

Table 6 Phase compositions of samples (mass fraction, %)

$\eta / (\text{J}\cdot\text{m}^{-1})$	Martensite	Austenite
950	99.08	0.92
905	99.31	0.69
864	99.52	0.48
835	99.72	0.28

由于马氏体相通常由奥氏体转变,一个稳定和较大的奥氏体区对发生马氏体相变至关重要。碳元素可以极大地扩展奥氏体区,但 SLM 成型过程中碳元素的损耗会缩小奥氏体区。随着 η 的增加,碳元素的损耗增大,冷却后马氏体组织质量分数降低。同时,熔池温度升高,熔池高温保持时间增加,在快速冷却过程中残余奥氏体相增多。

3.4 缺陷分析

当 $\eta=835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样孔隙数量最多。大部分孔隙近似圆形,位于晶粒内部,与该区域晶粒尺寸相当,如图 6 所示。SLM 凝固时间极短,部分存在于金属粉末间隙中的氩气及其他生成气体未及时逸出试样,最终在试样中形成孔隙。由于气泡以表面能最小形式存在,所以形成的孔隙近似圆形。根据金属物理学方面的研究,形成气泡的数目计算公式为^[24]

$$m = C \exp(4\pi r^2 \sigma / 3k_B T), \quad (4)$$

式中 m 为单位时间内形成气泡的数目, r 为气泡临界半径, σ 为气泡与液态金属间的表面张力, k_B 为玻尔兹曼常数, T 为开尔文温度, C 为常数。在 SLM 成型过程中,提高 η 可以提高温度 T 、降低表面张力 σ ,同时增加熔融时间,促进气泡逸出,从而可降低气泡的数目 m 。

将产生更大的残余应力来促使冷裂纹的产生。

3.5 显微硬度分析

对熔池中心区域和过渡区进行硬度测试,不同 η 下试样不同区域的显微硬度如图 8 所示,各试样的平均显微硬度如图 9 所示。由图 9 可知,试样的

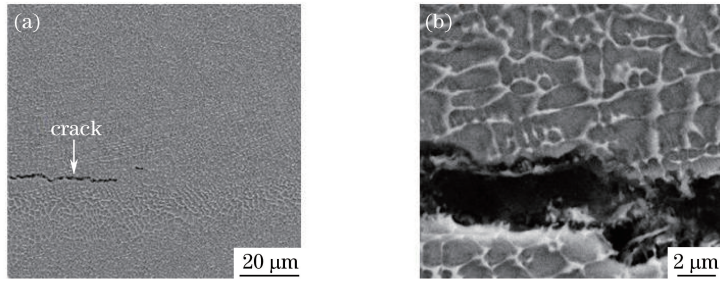


图 7 $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时试样表面的裂纹。(a) 800 倍;(b) 5000 倍

Fig. 7 Surface crack of sample at $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$. (a) 800 times; (b) 5000 times

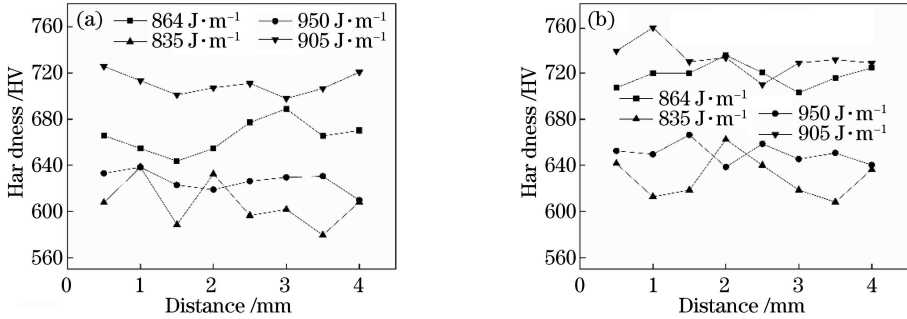


图 8 试样不同区域的显微硬度。(a)熔池中心区域;(b)过渡区

Fig. 8 Micro-hardness in different zones of sample. (a) Central zone of molten pool; (b) transition zone

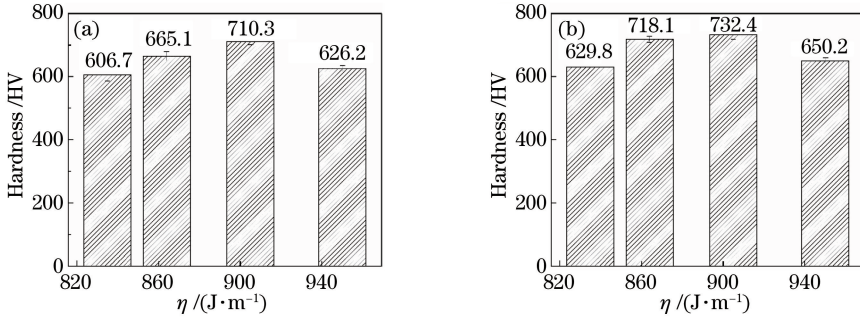


图 9 试样的平均显微硬度。(a)熔池中心区域;(b)过渡区

Fig. 9 Average micro-hardness of sample. (a) Central zone of molten pool; (b) transition zone

硬度均高于 45 钢的淬火硬度,说明 SLM 成型冷却过程中发生了马氏体转变。同一线能量密度下试样过渡区的显微硬度均高于熔池中心区域的显微硬度,这与过渡区的晶粒尺寸较小、碳元素损耗率较低密切相关。过渡区高碳含量对铁基合金起到强化作用,同时实现细小晶粒的细晶强化,所以过渡区显微硬度较高。

当 $\eta=835 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样显微硬度最低,其晶粒尺寸最小,碳元素损耗率最低,但晶粒形状不规则,且存在明显的孔隙缺陷;当 $\eta=950 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样显微硬度较低,其晶粒尺寸最大,碳元素损耗率最高,且晶粒形状不规则,存在明显的冷裂纹缺陷;当 $\eta=864 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样显微硬度较高,其晶粒尺寸

较小,碳元素损耗率较低,不存在明显缺陷,但晶粒尺寸差异明显;当 $\eta=905 \text{ J}\cdot\text{m}^{-1}$ 时,试样显微硬度最高,其晶粒尺寸较小,碳元素损耗率较低,同时致密度高,晶粒尺寸均匀。综上所述,明显的孔隙和裂纹缺陷将直接降低试样的显微硬度,当试样致密度较高时,试样的晶粒尺寸、晶粒形状和碳元素含量等将共同影响其显微硬度。

4 结 论

对 SLM 成型 4Cr5MoSiV1 模具钢试样的组织与性能进行了研究,分析了不同工艺参数下试样显微组织、碳元素损耗及显微硬度之间的内在联系,得到如下结论。

1) SLM 成型 4Cr5MoSiV1 模具钢试样的 XOZ 面中心区域为胞状组织, 边界区域为柱组织。XOY 面中熔池中心区域为细小的胞状组织, 晶粒尺寸均匀; 热影响区的晶粒粗大, 而且在晶粒内部出现呈颗粒状分布的第二相析出物; 过渡区的晶粒呈不规则的胞状, 晶粒尺寸较小、晶界较宽。

2) 脱碳反应、飞溅行为和元素烧蚀共同导致碳元素的损耗, 当线能量密度 $\eta = 950 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$, 碳元素损耗为 17.7%。熔池过渡区碳元素含量最高, 热影响区碳元素含量最低, 且同一区域内晶界碳元素含量高于晶粒内碳元素含量。

3) SLM 成型 4Cr5MoSiV1 模具钢试样主要由马氏体和少量残余奥氏体组成, 碳元素损耗造成奥氏体区逐渐缩小, 转变产物中马氏体含量降低、残余奥氏体含量升高。当线能量密度 $\eta = 835 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$ 时, 马氏体含量最高为 99.72%。

4) η 降低, 冷却速率和过冷度增加, 晶粒尺寸减小、碳元素损耗率降低、马氏体含量增加、孔隙缺陷增多。 η 过高, 冷却速率和过冷度较低, 碳元素损耗率较高、马氏体含量较少, 晶粒形状不规则、尺寸较大、内部存在第二相析出物, 且熔池边界出现冷裂纹缺陷。

5) 晶粒尺寸、碳元素含量和缺陷数量共同影响试样的显微硬度, 晶粒粗大、碳元素含量降低、缺陷数量增多均降低显微硬度值。同一 η 下, 过渡区的显微硬度高于热影响区的显微硬度。当 $\eta = 905 \text{ J} \cdot \text{m}^{-1}$ 时, 试样显微硬度最高, 其熔池中心区域平均显微硬度为 710.3 HV, 过渡区平均显微硬度为 732.4 HV。

参 考 文 献

- [1] Liu B, Cui Z J, Tan J H, *et al.* Development status and trend of die & mould manufacturing technology [J]. Die & Mould Industry, 2017, 43(11): 1-8.
刘斌, 崔志杰, 谭景焕, 等. 模具制造技术现状与发展趋势[J]. 模具工业, 2017, 43(11): 1-8.
- [2] Altan T, Lilly B, Yen Y C, *et al.* Manufacturing of dies and molds[J]. CIRP Annals, 2001, 50(2): 404-422.
- [3] Li D M, Han J Y. Study on the precision solution of technology of processing with the electric spark in mold industry [J]. Journal of Inner Mongolia University for Nationalities(Natural Sciences), 2007, 22(1): 69-71.
李冬梅, 韩敬宇. 电火花加工技术在模具加工中精度问题分析及对策[J]. 内蒙古民族大学学报(自然科学版), 2007, 22(1): 69-71.
- [4] Li S C. Die steel application experience manual[M]. Beijing: Machinery Industry Press, 2011: 303-304.
李书常. 模具钢应用经验手册[M]. 北京: 机械工业出版社, 2011: 303-304.
- [5] Ye X C, Liu S Y, Chen S H, *et al.* Heat treatment process of H13 hot die steel after forging[J]. Heat Treatment of Metals, 2013, 38(12): 72-74.
叶喜葱, 刘绍友, 陈实华, 等. H13 热作模具钢锻后热处理工艺[J]. 金属热处理, 2013, 38(12): 72-74.
- [6] Chen C R, Wang Y, Ou H G, *et al.* A review on remanufacture of dies and moulds [J]. Journal of Cleaner Production, 2014, 64: 13-23.
- [7] Zhao J Y, Zhang Y Z, Li D F, *et al.* Properties study of Co-Cr alloy fabricated by selective laser melting [J]. Chinese Journal of Lasers, 2015, 42(11): 1103006.
赵进炎, 张永志, 李东方, 等. 选区激光熔化钴铬合金的性能研究 [J]. 中国激光, 2015, 42(11): 1103006.
- [8] Yang Y Q, Wang D, Wu W H. Research progress of direct manufacturing of metal parts by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2011, 38(6): 0601007.
杨永强, 王迪, 吴伟辉. 金属零件选区激光熔化直接成型技术研究进展[J]. 中国激光, 2011, 38(6): 0601007.
- [9] Yang Y Q, Chen J, Song C H, *et al.* Current status and progress on technology of selective laser melting of metal parts [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2018, 55(1): 011401.
杨永强, 陈杰, 宋长辉, 等. 金属零件激光选区熔化技术的现状及进展[J]. 激光与光电子学进展, 2018, 55(1): 011401.
- [10] Zheng D L. Fabrication of H13 by selective laser melting and residual stress analysis [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2016: 33-37.
郑东来. H13 钢的选择性激光熔化制备及残余应力分析[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2016: 33-37.
- [11] Yan K, Chen C J, Zhang M, *et al.* Microstructure and properties of laser additive manufacturing and tempered H13 steel[J]. China Surface Engineering, 2017, 30(2): 134-142.
严凯, 陈长军, 张敏, 等. 激光增材制造 H13 钢及回火处理的组织和性能[J]. 中国表面工程, 2017, 30(2): 134-142.
- [12] Mertens R, Vrancken B, Holmstock N, *et al.* Influence of powder bed preheating on microstructure and mechanical properties of H13 tool steel SLM parts[J]. Physics Procedia, 2016, 83: 882-890.
- [13] Laakso P, Riipinen T, Laukkanen A, *et al.*

- Optimization and simulation of SLM process for high density H13 tool steel parts [J]. *Physics Procedia*, 2016, 83: 26-35.
- [14] Wen S F, Ji X T, Zhou Y, *et al.* Development status and prospect of selective laser melting of mould steels [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2018, 55(1): 011404.
文世峰, 季宪泰, 周燕, 等. 激光选区熔化成形模具钢的发展现状及前景 [J]. *激光与光电子学进展*, 2018, 55(1): 011404.
- [15] Chen Y C, Zhang S Q, Tian X J, *et al.* Microstructure and microhardness of 4045 aluminum alloy fabricated by laser melting deposition [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2015, 42(3): 0303008.
陈永城, 张述泉, 田象军, 等. 激光熔化沉积 4045 铝合金显微组织及显微硬度 [J]. *中国激光*, 2015, 42(3): 0303008.
- [16] Yadroitsev I, Krakhmalev P, Yadroitsava I, *et al.* Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, 213(4): 606-613.
- [17] Kou S. *Welding metallurgy* [M]. Yan J C, Yang J G, Zhang G J, Transl. 2th ed. Beijing: Higher Education Press, 2012: 91-106.
辛多·柯. *焊接冶金学* [M]. 闫久春, 杨建国, 张广军, 译. 2 版. 北京: 高等教育出版社, 2012: 91-106.
- [18] Chen H Y, Gu D D, Gu R H, *et al.* Microstructure evolution and mechanical properties of 5CrNi₄Mo die steel parts by selective laser melting additive manufacturing [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2016, 43(2): 0203003.
陈洪宇, 顾冬冬, 顾荣海, 等. 5CrNi₄Mo 模具钢选区激光熔化增材制造组织演变及力学性能研究 [J]. *中国激光*, 2016, 43(2): 0203003.
- [19] Ma M M. A comparative study on fundamentals of two typical laser additive manufacturing technologies of metallic [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2016: 57-64.
马明明. 两种典型金属零部件激光增材制造技术基础比较研究 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2016: 57-64.
- [20] Li C. *Metallography principle* [M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1996: 56-57.
李超. *金属学原理* [M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1989: 56-57.
- [21] Qian D Y, Chen C J, Zhang M, *et al.* Study on microstructure and micro-mechanical properties of porous aluminum alloy fabricated by selective laser melting [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2016, 43(4): 0403002.
钱德宇, 陈长军, 张敏, 等. 选区激光熔化成形多孔铝合金的显微组织及微观力学性能研究 [J]. *中国激光*, 2016, 43(4): 0403002.
- [22] Liu B S, Zhu G S, Li H X, *et al.* Decarburization rate of RH refining for ultra-low carbon steel [J]. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2010, 17(1): 22-27.
- [23] Hillier S. Accurate quantitative analysis of clay and other minerals in sandstones by XRD: comparison of a rietveld and a reference intensity ratio (RIR) method and the importance of sample preparation [J]. *Clay Minerals*, 2000, 35(1): 291-302.
- [24] Zhang W Y. *Welding metallurgy* [M]. Beijing: Machinery Industry Press, 1996: 142-150.
张文钺. *焊接冶金学* [M]. 北京: 机械工业出版社, 1995: 142-150.